



中华人民共和国国家标准

GB/T 35498—2017

工业用乙烯基三氯硅烷

Vinyltrichlorosilane for industrial use

2017-12-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:浙江新安化工集团股份有限公司、浙江开化合成材料有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位:湖北汉贝化工有限公司、山东万达有机硅新材料有限公司。

本标准主要起草人:叶世胜、胡家啟、黄煜、秦龙、郑云峰、张宇、叶珊、白俊玲、王中、汪玉林、程佳卉。

工业用乙烯基三氯硅烷

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本标准规定了工业用乙烯基三氯硅烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于硅氢加成法、缩合法等工艺路线制得的工业用乙烯基三氯硅烷。
结构简式: $\text{CH}_2=\text{CHSiCl}_3$
相对分子质量:161.49(按 2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装运储图示标志
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

- 3.1 外观:透明液体,无可见机械杂质。
- 3.2 工业用乙烯基三氯硅烷指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10	≤ 20	≤ 30
乙烯基三氯硅烷, $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0	≥ 98.5
四氯化硅, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.2	≤ 0.5
乙基三氯硅烷, $w/\%$	≤ 0.3	≤ 0.5	≤ 1.0

4 试验方法

警示——试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.1 外观的测定

取适量样品于无色透明比色管中,在自然光或日光灯下目视观察。

4.2 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.3 四氯化硅、乙烯基三氯硅烷和乙基三氯硅烷质量分数的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱仪,在规定的条件下,将适量的试样注入配有热导检测器(TCD)的气相色谱仪中,四氯化硅、乙烯基三氯硅烷和乙基三氯硅烷被色谱柱有效地分离,通过面积归一化法计算四氯化硅、乙烯基三氯硅烷和乙基三氯硅烷的质量分数。

4.3.2 试剂和材料

氢气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及热导检测器的任何型号的气相色谱仪,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。

4.3.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.3.3.3 微量注射器:10 μ L。

4.3.3.4 色谱柱:100%二甲基聚硅氧烷或能达到同等分离程度的毛细管柱。

4.3.4 取样

采样用取样品应清洁干燥,取样时应尽量避免与空气接触,取样结束后应立即加盖密封、冷藏保存。

4.3.5 测定

气相色谱仪开启后进行必要的调节,以达到适宜的色谱操作条件和其他适宜的条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后,进行样品的测定。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积,对其中的空气和氯化氢峰进行锁定处理,不参与结果的计算,推荐的色谱柱及气相色谱操作条件、典型色谱图和各组分相对保留值参见附录 A。

4.3.6 结果计算

工业乙烯基三氯硅烷中的各组分质量分数 w_i ,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i ——组分 i 的峰面积;

ΣA_i ——各组分峰面积之和(空气峰、氯化氢峰除外)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值乙烯基三氯硅烷不大于 0.20%;四氯化硅优级品、一级品不大于 0.03%,合格品不大于 0.05%;乙基三氯硅烷优级品、一级品不大于 0.05%,合格品不大于 0.10%。

5 检验规则

5.1 本标准外观和表 1 技术要求中的全部项目为型式检验项目,其中,外观、四氯化硅、乙烯基三氯硅烷和乙基三氯硅烷质量分数为出厂检验项目,应逐批检验。在正常情况下,每 6 月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产鉴定时;
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 停产较长时间,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

5.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产同等质量的产品为一批,也可按产品贮罐组批。

5.3 按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 中的规定的采样技术确定采样单元数和采样方法。由于乙烯基三氯硅烷产品遇空气极易水解,所以采样时间要短,采样结束后样品应立即加盖密封。

5.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用乙烯基三氯硅烷包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志,其内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 厂址;
- c) 产品名称;
- d) 生产日期或批号;
- e) 净含量;
- f) 质量等级;
- g) 本标准编号;
- h) GB 190 规定的“易燃液体”标志¹⁾;
- i) 桶装容器还应有 GB/T 191 规定的“向上”标志。

6.1.2 每批出厂的工业用乙烯基三氯硅烷都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号和生产日期;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

6.2 包装

工业乙烯基三氯硅烷产品采用干燥、清洁的衬塑铁桶或塑料桶包装,或采用槽车包装,或根据用户要求包装,并符合国家安全规定。包装要求密封,不可与空气接触。

6.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与强酸、强碱、强氧化剂、水、食用化工物品等混装运输。运输途中应严防日晒雨淋。应远离火种、热源、高温区。搬运时要轻装轻卸,防止包装及容器损坏。

6.4 贮存

工业用乙烯基三氯硅烷产品贮存地点应阴凉、干燥、通风、远离火源及其他危险品。为防止贮存过程中变色,可添加稳定剂,稳定剂的添加量应不影响产品的应用。产品自生产之日起,保质期为 12 个月,逾期应按本标准规定重新检验,如符合质量要求仍可继续使用。

附录 A
(资料性附录)

推荐的色谱柱及气相色谱操作条件、典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 推荐的色谱柱及气相色谱操作条件

毛细管色谱柱:100%二甲基聚硅氧烷,30 m×0.32 mm×1.0 μm;
载气:氢气;
分流比:50 : 1;
毛细管柱出口流量(mL/min):1.2;
柱温:初始温度 50 ℃,保持 2 min,升温速率 20 ℃/min,终温 180 ℃,保持 10 min;
汽化温度:250 ℃;
检测温度:260 ℃;
进样量:1.0 μL。

A.2 典型色谱图

工业乙烯基三氯硅烷在 100%二甲基聚硅氧烷毛细管上典型的色谱图见图 A.1。

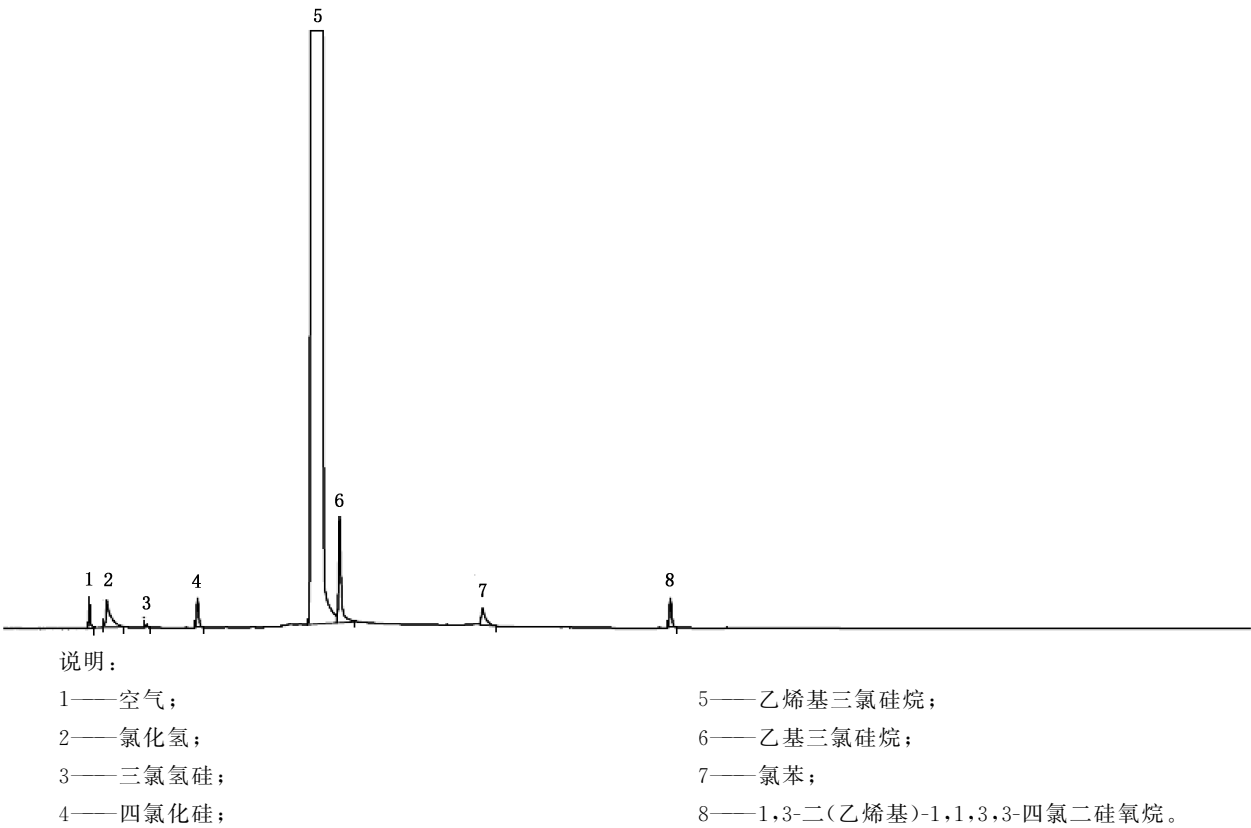


图 A.1 工业乙烯基三氯硅烷在毛细管色谱柱上典型的色谱图

A.3 各组分的相对保留值

表 A.1 给出了工业乙烯基三氯硅烷各组分在 100% 二甲基聚硅氧烷毛细管柱上的相对保留值。

表 A.1 各组分的相对保留值

组分名称	相对保留值
空气	0.29
氯化氢	0.34
三氯氢硅	0.47
四氯化硅	0.62
乙烯基三氯硅烷	1.00
乙基三氯硅烷	1.06
氯苯	1.49
1,3-二(乙烯基)-1,1,3,3-四氯二硅氧烷	2.02

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

工业用乙烯基三氯硅烷是易燃液体,闪点为 17 ℃,其蒸气与空气可形成爆炸性混合物,遇明火、高热可导致燃烧或爆炸。对呼吸道和眼结膜有强烈刺激作用,吸入后可引起咽喉、支气管的痉挛、水肿,化学性肺炎、肺水肿而致死。遇明火、高热或与氧化剂接触,有引起燃烧爆炸的危险。受热或遇水分解放热,放出有毒的腐蚀性烟气。若遇高热,容器内压增大,有开裂和爆炸的危险。有腐蚀性。

B.2 安全措施

工业用乙烯基三氯硅烷应密闭操作,局部排风,使用防爆型的通风系统和设备。操作人员应经过专门培训,严格遵守操作规程。防止蒸气泄漏到工作场所空气中,可能接触其蒸气时,建议操作人员佩戴防毒面具、防护眼镜和橡胶手套,配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。如皮肤接触,立即用流动清水彻底冲洗,若有灼伤,就医治疗;如眼睛接触,立即提起眼睑,用流动的清水或生理食盐水冲洗至少 15 min 并就医。如吸入,迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸通畅,呼吸有困难时给输氧并就医。如食入,患者清醒时立即漱口,给饮牛奶或蛋清并就医。
